

СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВОВ $\text{Ca}_5\text{M}_4\text{V}_6\text{O}_{24}$, $\text{M}=\text{Mg}, \text{Zn}$

Мерзлякова А.Н.⁽¹⁾, Толкачева А.С.^(1,2), Шкерин С.Н.⁽²⁾

⁽¹⁾ Уральский федеральный университет

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾ Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН

620137, г. Екатеринбург, ул. Академическая, д. 20

Сложный оксованадат кальция состава $\text{Ca}_5\text{Mg}_3\text{ZnV}_6\text{O}_{24}$ впервые был описан в 1992 году и отнесен к группе гранатов с симметрией $\bar{1}43d$. Интерес к соединению $\text{Ca}_5\text{Mg}_3\text{ZnV}_6\text{O}_{24}$ с кристаллохимической точки зрения вызван наличием у катионов Ca^{2+} редко встречающейся кубической координации. Характеристики этого сложного ванадата в мировой литературе не изучены, однако его кейджевая структура может предполагать возникновение неординарных свойств.

Первым шагом в исследовании был синтез и аттестация однофазных образцов составов $\text{Ca}_5\text{M}_4\text{V}_6\text{O}_{24}$, $\text{M}=\text{Mg}, \text{Zn}$ с разным соотношением: 0,25,50,75,100 % Zn. Образцы были синтезированы методом разложения водных солевых растворов с последующей термообработкой при температуре 800-975 °С в зависимости от состава. Термообработку проводили в алундовых тиглях в засыпке из порошка того же состава, что и обжигаемая таблетка. До 500 °С нагревали со скоростью 200 °С/час, до конечной температуры обжига – скоростью 10 °С/час. Аттестация полученных образцов проведена при помощи рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре Rigaku DMAX-2200/PC в CuK_α -излучении.

Спектры комбинационного рассеяния света (КРС) снимали с использованием микроскопа-спектрометра Renishaw 1000 в зеленом (514,5 нм) излучении: мощность лазера 20 мВт, область используемых волновых чисел от 100 до 4000 см^{-1} , время интегрирования 30 с. С помощью колебательной спектроскопии показано, что кальций в соединении $\text{Ca}_5\text{M}_4\text{V}_6\text{O}_{24}$ имеет координационное число 8. Ванадий имеет тетраэдрическое окружение, а магний и цинк – октаэдрическое. Полученные данные согласуются с данными рентгеноструктурного анализа [1]. Аттестация термических свойств была проведена с помощью синхронного термического анализа СТА (дифференциальная сканирующая калориметрия, термогравиметрия), которая позволила определить наличие тепловых эффектов системы. Коэффициенты линейного термического расширения (КТЛР) были определены методом дилатометрии (Netzsch Dil 402 PC). В качестве метода измерения электропроводности была применена импеданс-спектроскопия.

1. Müller-Buschbaum Hk., Postel M. // Z. Anorg. Allg. Chem. 1992. V. 615. P. 101–103.